## (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-147221 (P2003-147221A)

(43)公開日 平成15年5月21日(2003.5.21)

(51) Int.Cl.7	識別記号	FΙ		テーマコード(参考)					
COSL 101/12		C 0 8 L 101/12			2H042				
C08K 3/00		C08K	•	4 J 0 0 2					
5/00		5/00							
G 0 2 B 5/02		G 0 2 B 5/02			В				
			, .						
		審查請求	未蘭求	請求項の数12	OL	(全 11 頁)			
(21)出願番号	特願2001-345865(P2001-345865)	(71)出顧人	0000054	96					
						富士ゼロックス株式会社			
(22)出顯日	平成13年11月12日(2001.11.12)	2日(2001.11.12) 東京都港区赤坂二丁目17番22							
	•	(72)発明者	川原	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·					
			神奈川県	<b>具南足柄市竹松</b>	1600番↓	色 富士ゼロ			
			ックスを	株式会社内					
		(72)発明者	筒井 光	<b>告明</b>					
			神奈川県	民南足柄市竹松	1600番』	8 富士ゼロ			
			ックスを	株式会社内					
		(74)代理人	1000790	49					
			弁理士	中島 淳 (	外3名)				
	•			•	· .				
						最終頁に続く			

## (54) 【発明の名称】 高分子ゲル組成物、およびそれを用いた光学素子

## (57)【要約】

【課題】 電界に応じて、大きな光散乱率、反射率や光の吸収量等の変化量を得ることができ、且つ安定な繰り返し特性をもち、簡易な構成で透過型表示素子にも応用可能な高分子ゲル組成物およびそれを用いた光学素子を提供すること。

【解決手段】液体と、電界に応じて前記液体を吸収・放 出することで体積変化する帯電性高分子ゲルと、を有す ることを特徴とする高分子ゲル組成物、及びそれを用い た光学素子である。

2

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 液体と、電界に応じて前記液体を吸収・ 放出することで体積変化する帯電性高分子ゲルと、を有 することを特徴とする高分子ゲル組成物。

【請求項2】 前記液体が、絶縁性液体であることを特徴とする請求項1に記哉の高分子ゲル組成物。

【請求項3】 前記液体の体積抵抗率が、103Ωcm 以上であることを特徴とする請求項1又は2に記載の高 分子ゲル組成物。

【請求項4】 前記帯電性高分子ゲルが、イオン性高分子ゲルであることを特徴とする請求項 $1\sim3$ のいずれかに記載の高分子ゲル組成物。

【請求項5】 前記帯電性高分子ゲルが、帯電剤を含む イオン性高分子ゲルであることを特徴とする請求項1~ 3のいずれかに記哉の高分子ゲル組成物。

【請求項6】 前記帯電性高分子ゲルが、帯電剤を含む 非イオン性高分子ゲルであることを特徴とする請求項1 ~3のいずれかに記哉の高分子ゲル組成物。

【請求項7】 前記帯電性高分子ゲルが、調光用材料を含むことを特徴とする請求項1~6のいずれかに記載の高分子ゲル組成物。

【請求項8】 前記帯電剤が、調光用材料であることを 特徴とする請求項5又は6に記哉の高分子ゲル組成物。

【請求項9】 前記帯電性高分子ゲルの形状が、球形であることを特徴とする請求項1~8のいずれかに記載の高分子ゲル組成物。

【請求項10】 請求項1~9のいずれかに記載の高分子がル組成物を備えることを特徴とする光学素子。

【請求項11】 前記高分子ゲル組成物に電界を付与する電界付与手段を備えることを特徴とする請求項10に記載の光学素子。

【請求項12】 前記高分子ゲル組成物に電界を付与する電極を備え、前記帯電性高分子ゲルが前記電極上に固定化されていることを特徴とする請求項10に記載の光学素子。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、調光ガラス、調光素子、表示素子などの光学素子として広く利用可能な高分子ゲル組成物及びそれを用いた光学素子に関し、詳しくは、電界により可逆的に色変化する、光散乱する、幅広い波長領域において透過光量や反射光量を調節できる、多彩な色調を呈示する、多彩なパターンを表示できる等の様々な特性を有する高分子ゲル組成物およびその高分子ゲル組成物を用いた光学素子に関するものである。

## [0002]

【従来の技術】高度情報化社会の進展にともないカラー 表示システム、大面積表示システムへのニーズが増大し ている。これらを実現する技術としてCRT、液晶、E L、LED、プラズマなどの表示技術が開発されてきた。また、これらの自発光システムのほかに、低消費電力で人間の目に違和感の少ない反射型表示システムの開発が検討されている。反射型表示システムとしては、反射型液晶技術などが有力なものとなっている。

【0003】一方、安価な大面積カラー表示システム、あるいは安価な大面積表示システムへのニーズは大きいが、それを実現する有望な技術が確立されていないのが現状である。候補材料としては、電気泳動、ツイストボール等が知られている。さらに刺激応答性高分子ゲルを用いた通電表示技術が知られている。

【0004】髙分子ゲルを用いた通電表示技術として、 以下のような技術が開示されている。特開平4-134 325号公報、特開平5-188354号公報では、通 電による高分子ゲルの膨潤・収縮によって光散乱状態を 変え、透明・白濁で調光および表示を行なう素子が提案 されている。特開平4-274480号公報では、染料 を共有結合した着色高分子ゲルの通電による膨潤・収縮 を利用した光学素子が提案されている。該公報では、通 電による高分子ゲルの膨潤・収縮によって光の吸収断面 **顔の増減をおこし、光学濃度を変化させる表示素子を提** 供している。特開平9-160081号公報では、着色 基板等と着色した高分子ゲルを組み合わせた光学素子が 提案されている。該公報では、着色高分子ゲルの電気刺 激による屈伸、膨潤・収縮等により、着色基板等を着色 高分子ゲルで覆う割合を変えることで光学濃度を増減さ せる光学素子技術を開示している。特開昭61-149 926号公報では、通電で膨潤・収縮する高分子ゲルー と、顔料を液体中に分散した着色液体とを組み合わせた 組成物からなる光学素子が提案されている。該公報で は、通電による高分子ゲルの形状変化によって着色液体 を移動させ、その時に起こる着色液体の光の吸収量変化 を利用した技術を提供している。特公平7-95172 号公報、特開平11-236559公報では、電極とし て導電性高分子等を適用することで、通電で引き起こさ れる液体の電気分解を防止し、電気分解による気泡を発 生させない技術も開示している。

【0005】しかしながら、上記公報で開示されている 調光・表示素子技術等にはさまざまな改良すべき点があった。例えば、特開平4-134325号公報、特開平5-188354号公報、特開平4-274480号公報、特開平9-160081号公報、及び特開昭61-149926号公報で開示している素子では、通電によって高分子ゲルを保持するための溶媒が電気分解し気泡が発生するために通電毎に表示品質や調光特性が損なわれてしまうという問題点があった。特公平7-95172号公報では、電極に形成された導電性高分子等の固有な色によって十分な表示コントラストや、反射率、光の吸収量の変化量がとれないという課題がある。また、導電性高分子は素子として、通電耐久性に優れないという

3

課題が残されている。さらには、導電性高分子等の固有の色および素子構成から透過型の表示素子に応用することは困難である。特開平11-236559公報においても、特公平7-95172号公報と同様に、導電性高分子等を用いていることから、十分な表示コントラストや、反射率、光の吸収量の変化量がとれない、通電安定性に劣るという問題点がある。また、電極構成が複雑であることから、素子の製造コスト高を招く。

【0006】このような、通電による調光・表示素子技術は、溶媒(膨潤液)中のイオン濃度の変化に応じて、高分子ゲルの体積変化を生じさせる技術が一般的であり、上述のように、電気分解し気泡が発生するために通電毎に表示品質や調光特性が損なわれてしまうという問題点や透過型の表示素子に応用することが困難であったり、電極構成が複雑であることから、素子の製造コスト高を招いたりしており、改善が望まれているのが現状である。

#### [0007]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、前記従来における諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。即ち、本発明の目的は、電界に応じて、大きな光散乱率、反射率や光の吸収量等の変化量を得ることができ、且つ安定な繰り返し特性をもち、簡易な構成で透過型表示素子にも応用可能な高分子ゲル組成物およびそれを用いた光学素子を提供することである。

#### [8000]

【課題を解決するための手段】上記課題は、以下の手段 により解決される。即ち、本発明は、

<1>液体と、電界に応じて前記液体を吸収・放出する ことで体積変化する帯電性高分子ゲルと、を有すること を特徴とする高分子ゲル組成物である。

<2>前記液体が、絶縁性液体であることを特徴とする前記<1>に記載の高分子ゲル組成物である。

<3>前記液体の体積抵抗率が、 $10^3\Omega$  c m以上であることを特徴とする前記<1>又は<2>に記載の高分子ゲル組成物である。

<4> 前記帯電性高分子ゲルが、イオン性高分子ゲルであることを特徴とする前記<1> <<3> のいずれかに記載の高分子ゲル組成物である。

<5>前記帯電性高分子ゲルが、帯電剤を含むイオン性 高分子ゲルであることを特徴とする前記<1>~<3> のいずれかに記載の高分子ゲル組成物。

<6>前記帯電性高分子ゲルが、帯電剤を含む非イオン 性高分子ゲルであることを特徴とする前記<1>~<3 >のいずれかに記載の高分子ゲル組成物である。

<7>前記帯電性高分子ゲルが、調光用材料を含むことを特徴とする前記<1>~<6>のいずれかに記載の高分子ゲル組成物である。

< 8>前記帯電剤が、調光用材料であることを特徴とする前記<5>又は<6>に記載の高分子ゲル組成物であ

る。

< 9 > 前記帯電性髙分子ゲルの形状が、球形であることを特徴とする前記< 1 > ~ < 8 > のいずれかに記載の髙分子ゲル組成物である。

< 10>前記<1>~<9>のいずれかに記載の高分子ゲル組成物を備えることを特徴とする光学素子である。<11>前記高分子ゲル組成物に電界を付与する電界付与手段を備えることを特徴とする前記<10>に記載の光学素子である。

<12>前記高分子ゲル組成物に電界を付与する電極を備え、前記帯電性高分子ゲルが前記電極上に固定化されていることを特徴とする前記<10>に記載の光学素子である。

#### [0009]

【発明の実施の形態】本発明を詳細に説明する。本発明 の高分子ゲル組成物は、液体と、電界に応じて前記液体 を吸収・放出することで体積変化する帯電性高分子ゲル と、を有することを特徴とする。本発明の高分子ゲル組 成物は、帯電性高分子ゲルと液体とを有する構成で、電 界に応じて可逆的な大きな体積変化を生じさせることが できる。また、帯電性高分子ゲル中に顔料や染料等の調 光用材料を分散させて用いた場合にも、膨潤・収縮時の 吸収断面積の変化により光学特性を大きく変化させるこ とが可能であり、調光、表示素子等の光学素子に応用可 能である。なお、この体積変化は、帯電性高分子ゲルと 電界との相互作用により引き起こされるものと考えられ る。また、本発明の髙分子ゲル組成物は、帯電性髙分子 ゲルと液体とを有する構成で、電極反応に起因する液体 の電気分解による気泡の発生が抑制され、通電毎に調光 特性が損なわれることがなく、優れた繰り返し安定性を 有する。また、導電性髙分子等を利用する必要がないた めに、光散乱率、反射率や光の吸収量等を大きく変化さ せることができる。さらには、単純な素子構成で、透過 型あるいは積層型のカラー表示素子、調光素子などの光 学素子に応用可能なものとなる。

【0010】帯電性高分子ゲルについて説明する。帯電性高分子ゲルとして具体的には、イオン性高分子ゲル、 帯電剤を含有させたイオン性高分子ゲル、及び帯電剤を含有させた非イオン性高分子ゲルから選択することができる。以下、各高分子ゲルの好適な具体例を列挙する。なお、これら具体例の表記において、(メタ)アクリレート等の記述は、アクリルレートおよびメタアクリレート(メタクリレート)のいずれをも含む表現である。

【0011】〈1〉イオン性高分子ゲル

イオン性高分子ゲルの例としては、ポリ(メタ)アクリル酸の架橋物やその塩、(メタ)アクリル酸と(メタ)アクリルアミド、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、(メタ)アクリル酸アルキルエステルなどとの共重合体の架橋物やその塩、ポリマレイン酸の架橋物やその塩、マレイン酸と(メタ)アクリルアミド、ヒドロキシ

エチル (メタ) アクリレート、 (メタ) アクリル酸アル キルエステルなどとの共重合体の架橋物やその塩、ポリ ビニルスルホン酸の架橋物やビニルスルホン酸と(メ タ) アクリルアミド、ヒドロキシエチル(メタ)アクリ レート、(メタ) アクリル酸アルキルエステルなどとの 共重合体の架橋物、ポリビニルベンゼンスルホン酸の架 橋物やその塩、ビニルベンゼンスルホン酸と(メタ)ア クリルアミド、ヒドロキシエチル (メタ) アクリレー ト、(メタ)アクリル酸アルキルエステルなどとの共重 合体の架橋物やその塩、ポリアクリルアミドアルキルス ルホン酸の架橋物やその塩、アクリルアミドアルキルス ルホン酸と(メタ)アクリルアミド、ヒドロキシエチル (メタ) アクリレート、(メタ) アクリル酸アルキルエ ステルなどとの共重合体の架橋物やその塩、ポリジメチ ルアミノプロピル(メタ)アクリルアミドの架橋物やそ の塩酸塩、ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルア ミドと (メタ) アクリル酸、(メタ)アクリルアミド、 ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、(メタ)アク リル酸アルキルエステルなどとの共重合体の架橋物やそ の4級化物や塩、ポリジメチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミドとポリビニルアルコールとの複合体の架 橋物やその4級化物や塩、ポリビニルアルコールとポリ (メタ) アクリル酸との複合体の架橋物やその塩、カル ボキシアルキルセルロース塩の架橋物、ポリ(メタ)ア クリロニトリルの架橋物の部分加水分解物やその塩など が挙げられる。これらのイオン性高分子ゲルは、架橋剤 の添加、あるいは高分子に電子線、γ線などの放射線を 照射する、加熱する、さらには過酸化物を添加すること によって三次元架橋することで作製することができる。 【0012】〈2〉帯電剤を含有させたイオン性高分子

ゲル 帯電剤を含有させたイオン性髙分子ゲルを構成するイオ ン性高分子ゲルとしては、上記〈1〉イオン性高分子ゲ ルに記哉したものと同様なイオン性高分子ゲルが挙げら れる。一方、イオン性高分子ゲル中に含有させる帯電剤 としては、各種両親媒性(高)分子、ニグロシン系化合 物、アルコキシ化アミン類、第四級アンモニウム塩、ア ルキルアミド、リンおよびタングステンの単体および化 合物、モリブデンキレート顔料、疎水性シリカ、ホウ素 類、ハロゲン化合物、モノアゾ染料の金属錯塩、サリチ ル酸、アルキルサリチル酸、ジアルキルサリチル酸、ナ フトエ酸の金属錯塩、塩素化ポリオレフィン、塩素化ポ リエステル、酸基過剰のポリエステル、銅フタロシアニ ンのスルホニルアミン、オイルブラック、ナフテン酸金 属塩、脂肪酸金属塩、樹脂酸石けんなどが挙げられる。 イオン性高分子ゲル中に含有させる帯電剤の添加量は、 2質量%から70質量%の範囲が好ましい。また、帯電 剤が後で述べる調光用材料であっても構わない。このと きイオン性高分子ゲル中に含有させる調光用材料の好ま しい濃度は、2質量%から70質量%の範囲であり、特 50 6

に好ましくは5質量%から50質量%の範囲である。さらにイオン性高分子ゲルの電界に対する応答性を向上させるために、調光用材料以外の帯電剤を別途イオン性高分子ゲル中に含有させても構わない。このときイオン性高分子ゲル中に含有させる調光用材料以外の帯電剤の添加量は、2質量%から70質量%の範囲が好ましい。

【0013】〈3〉帯電剤を含有させた非イオン性高分子ゲル

非イオン性高分子ゲルとは高分子鎖にイオン解離基を持たない高分子ゲルと定義する。具体的には、下記に列挙するモノマ群から選択される1種以上のモノマからなる単独重合体の架橋体や2種以上のモノマからなる共重合体の架橋体が好適に挙げられる。

#### ―モノマ群―

(メタ) アクリロニトリル、(メタ) アクリル酸アルキ ルエステル、(メタ)アクリル酸ジアルキルアミノアル キルエステル、(メタ) アクリルアミド、エチレン、プ ロピレン、ブタジエン、イソプレン、イソブチレン、N **-ジアルキル置換(メタ)アクリルアミド、ビニルピリ** ジン、ビニルアミン、アリルアミン、スチレン、ビニル カルバゾール、ビニルピロリドン、スチレン、スチレン 誘導体、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、 グリセリル(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコ ールモノ(メタ)アクリレート、塩化ビニル、塩化ビニ リデン、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、 メチレンビスアクリルアミド、イソプレン、ブタジエ ン、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ジエ チレングリコールジ (メタ) アクリレート、ブタンジオ ールジ (メタ) アクリレート、ヘキサンジオールジ (メ タ) アクリレートなどが挙げられる。その他にも、ポリ エステル系髙分子の架橋体、ポリビニルアセタール誘導 体の架橋体、ポリウレタン系高分子の架橋体、ポリウレ ア系高分子の架橋体、ポリエーテル系高分子の架橋体、 ポリアミド系高分子の架橋体、ポリカーボネート系高分 子の架橋体などが好ましく使用できる。非イオン性高分 子ゲルは、架橋剤の添加、あるいは高分子に電子線、y 線などの放射線を照射する、加熱する、さらには過酸化 物を添加することによって三次元架橋することで作製す ることができる。一方、非イオン性髙分子ゲル中に含有 させる帯電剤としては、上記〈2〉帯電剤を含有させた イオン性高分子ゲルで記載したものと同様のものが挙げ られる。非イオン性高分子ゲル中に含有させる帯電剤の 添加量は、2質量%から70質量%の範囲が好ましい。 また、帯電剤が後で述べる調光用材料であっても構わな い。このとき非イオン性髙分子ゲル中に含有させる調光 用材料の好ましい濃度は、2質量%から70質量%の範 囲であり、特に好ましくは5質量%から50質量%の範 囲である。さらに非イオン性髙分子ゲルの電界に対する 応答性を向上させるために、調光用材料以外の帯電剤を 別途非イオン性髙分子ゲル中に含有させても構わない。

このとき非イオン性高分子ゲル中に含有させる調光用材料以外の帯電剤の添加量は、2質量%から70質量%の範囲が好ましい。

【0014】帯電性高分子ゲルには、本発明の高分子ゲル組成物を光学素子、表示素子用途として用いる場合、調光用材料を添加・含有させることが好適である。なお、上述したが、この調光用材料は、帯電剤であっても構わない。

【0015】調光用材料の具体例としては、染料、顔料や光散乱材などが挙げられる。また調光用材料は帯電性高分子ゲル中に物理的あるいは化学的に固定化されることが好ましい。

【0016】染料の好適な具体例としては、例えば、黒 色のニグロシン系染料や赤、緑、青、シアン、マゼン タ、イエローなどのカラー染料であるアゾ染料、アント ラキノン系染料、インジゴ系染料、フタロシアニン系染 料、カルボニウム染料、キノンイミン染料、メチン染 料、キノリン染料、ニトロ染料、ベンゾキノン染料、ナ フトキノン染料、ナフタルイミド染料、ベリノン染料な どが挙げられ、特に光吸収係数が高いものが望ましい。 例えば、C. I. ダイレクトイエロー1, 8, 11, 1 2, 24, 26, 27, 28, 33, 39, 44, 5 0. 58, 85, 86, 87, 88, 89, 98, 15 7, C. I. アシッドイエロー1, 3, 7, 11, 1 7, 19, 23, 25, 29, 38, 44, 79, 12 7, 144, 245, C. I. ベイシックイエロー1, 2, 11, 34, C. I. フードイエロー4, C. I. リアクティブイエロー37, C. I. ソルベントイエロ -6, 9, 17, 31, 35, 100, 102, 10 3, 105, C. I. ダイレクトレッド1, 2, 4, 9, 11, 13, 17, 20, 23, 24, 28, 3 1, 33, 37, 39, 44, 46, 62, 63, 7 5, 79, 80, 81, 83, 84, 89, 95, 9 9, 113, 197, 201, 218, 220, 22 4, 225, 226, 227, 228, 229, 23 0, 231, C. I. アシッドレッド1, 6, 8, 9, 13, 14, 18, 26, 27, 35, 37, 42, 5 2, 82, 85, 87, 89, 92, 97, 106, 1 11, 114, 115, 118, 134, 158, 18 6, 249, 254, 289, C. I. ベイシックレッ F1, 2, 9, 12, 14, 17, 18, 37, C. 1. フードレッド14, C. I. リアクティブレッド2 3, 180, C. I. ソルベントレッド5, 16, 1 7, 18, 19, 22, 23, 143, 145, 14 6, 149, 150, 151, 157, 158, C. 1. ダイレクトブルー1, 2, 6, 15, 22, 25, 41, 71, 76, 78, 86, 87, 90, 98, 1 63, 165, 199, 202, C. I. アシッドブル -1, 7, 9, 22, 23, 25, 29, 40, 41, 43, 45, 78, 80, 82, 92, 93, 127,

249, C. I. ベイシックブルー1, 3, 5, 7, 9, 22, 24, 25, 26, 28, 29, C. I. 7 ードブルー2, C. I. ソルベントブルー22, 63, 78, 83~86, 191, 194, 195, 104, C. I. ダイレクトブラック2, 7, 19, 22, 2 4, 32, 38, 51, 56, 63, 71, 74, 7 5, 77, 108, 154, 168, 171, C. I. アシッドブラック1、2、7、24、26、29、3 1, 44, 48, 50, 52, 94, C. I. ペイシッ クブラック2, 8, C. I. フードブラック1, 2, C. I. リアクティブブラック31, C. I. フードバ イオレット2, C. I. ソルベントバイオレット31, 33, 37, C. I. ソルベントグリーン24, 25. C. I. ソルベントブラウン3, 9等が挙げられる。こ れらの染料は、単独で使用してもよく、さもなければ所 望とする色を得るために混合して使用してもよい。

【0017】染料としては、帯電性高分子ゲルに固定化するために、不飽和二重結合基などの重合可能な基を有した構造の染料や帯電性高分子ゲルと反応可能ないわゆる反応性染料などが好ましく使用される。また、帯電性高分子ゲル中に含有させる染料の好ましい濃度は、2質量%から70質量%の範囲であり、特に好ましくは5質量%から50質量%の範囲である。2質量%よりも少ない場合は調光作用が低下し、70質量%よりも多い場合は良好な強度を有する材料を得ることが難しくなる。

【0018】顔料および光散乱材の好適な具体例としては、黒色顔料であるプロンズ粉、チタンプラック、各種カーボンプラック(チャネルブラック、ファーネスプラック等)、白色顔料である酸化チタン、シリカなどの金属酸化物、炭酸カルシウムや金属粉などの光散乱材、カラー顔料である例えばフタロシアニン系のシアン顔料、ベンジジン系のイエロー顔料、ローダミン系のマゼンタ顔料、あるいはこの他にもアントラキノン系、アゾ系、アゾ金属錯体、フタロシアニン系、キナクリドン系、ペリレン系、インジゴ系、イソインドリノン系、キナクリドン系、アリルアミド系、硫化亜鉛などの各種顔料や光散乱材を挙げることができる。

【0019】例えば、イエロー系顔料としては、縮合アゾ化合物、イソインドリノン化合物、アンスラキノン化合物、アゾ金属錯体、メチン化合物、アリルアミド化合物に代表される化合物が用いられる。より詳細には、C. I. ピグメントイエロー12,13,14,15,17,62,74,83,93,94,95,109,110,111,128,129,147,168等が好適に用いられる。また、マゼンタ系顔料としては、縮合アゾ化合物、ジケトピロロピロール化合物、アンスラキノン、キナクリドン化合物、塩基染料レーキ化合物、ナフトール化合物、ベンズイミダゾロン化合物、チオインジゴ化合物、ペリレン化合物が用いられる。より詳細には、C. I. ピグメントレッド2,3,5,6,7,

23,48;2,48;3,48;4,57;1,8 1;1,144,146,166,169,177,1 84,185,202,206,220,221,25 4が特に好ましい。また、シアン系顔料としては、銅フタロシアニン化合物及びその誘導体、アンスラキノン化合物、塩基染料レーキ化合物等が利用できる。具体的には、例えば顔料としては、C.I.ピグメントブルー 1,7,15,15:1,15:2,15:3,15:4,60,62,66等が特に好適に利用できる。

【0020】顔料および光散乱材の粒径は、1次粒子の 平均粒径で $0.001\mu$ m $\sim 1\mu$ mのものが好ましく、 特に $0.01\mu$ m $\sim 0.5\mu$ mのものが好ましい。これ は粒径が $0.01\mu$ m未満では帯電性高分子ゲルからの 流出が起こり易くなったり、また、 $0.5\mu$ mを超える と発色特性が悪化し易くなることがあるためである。

【0021】顔料や光散乱材は、帯電性高分子ゲル中に極力、均一な分散状態として含有され、帯電性高分子ゲルから流出しないことが好適である。そのためには帯電性高分子ゲルの架橋密度を最適化して顔料や光散乱材を高分子網目中に物理的に閉じ込めること、帯電性高分子ゲルとの電気的、イオン的、その他物理的な相互作用が高い顔料や光散乱材を用いること、表面を化学修飾した顔料や光散乱材を用いることなどが好ましい。具体的には、例えば、表面を化学修飾した顔料や光散乱材としては、表面にビニル基などの不飽和基や不対電子(ラジカル)などの帯電性高分子ゲルと化学結合する基を導入したものや、高分子材料をグラフト結合したもの、表面を高分子等で被覆あるいはカプセル化されたものなどが挙げられる。

【0022】顔料および光散乱材の濃度は、帯電性高分子ゲル対して、一般的に2質量%~70質量%の範囲が好ましい。2質量%よりも少ない場合は調光作用が低下し、70質量%よりも多い場合は良好な強度を有する材料を得ることが難しくなることがある。

【0023】このような調光用材料を含む帯電性高分子ゲルは、架橋前の高分子に調光用材料を均一に分散、混合した後に架橋する方法や重合時に高分子前駆体モノマ組成物に調光用材料を添加して重合する方法によって製造することができる。重合時において顔料や光散乱材を添加する場合には前記したように重合性基や不対電子

(ラジカル)をもつ顔料や光散乱材を使用し、帯電性高分子ゲルに化学結合することも好ましく実施される。また、調光用材料は帯電性高分子ゲル中に極力均一に分散されていることが好ましい。特に、高分子への分散に際して、機械的混練法、攪拌法やあるいは分散剤などを利用して均一に分散させることが望ましい。さらに、先に説明したように、上記に列挙した調光用材料を帯電性高分子ゲル中に含有させる帯電剤として用いることも可能である。帯電性高分子ゲルに含有させる調光用材料と溶塊との接触帯電によっても帯電性高分子ゲルへの帯電付

与は可能であるが、調光用材料表面に帯電付与機能を持たせることがより好ましい。調光用材料表面に帯電付与機能を持たせる方法としては、調光用材料表面をアミノ基、アンモニウム基、ハロゲン基、水酸基、カルボキシル基、スルフォン酸基、リン酸基、アミド基、チオール基などを導入することが考えられる。

【0024】帯電性高分子ゲルは、粒子状であることが好ましい。粒子状としては球体、立方体、楕円体、多面体、多孔質体、繊維状、星状、針状、中空状、リング状などのものが適用できる。この中でも等方的に帯電性高分子ゲル粒子を膨潤・収縮させることができる観点から球形であることが特に好ましい。帯電性高分子ゲル粒子の好ましい大きさは、その液体を含まない状態において平均粒径で0.1 $\mu$ mの範囲である。粒径が0.1 $\mu$ m以下であると粒子のハンドリングが困難になる、優れた光学特性が得られないなどの問題を生じることがある。一方、粒径が100 $\mu$ mよりも大きくなると、泳動速度が遅くなるなどの問題が生じることがある。

【0025】これらの帯電性高分子ゲル粒子は、帯電性高分子ゲルを物理的粉砕法によって粉砕する方法や架橋前の高分子を物理的粉砕法や化学的粉砕法によって粒子化した後に架橋してゲルとする方法、あるいは乳化重合法、懸濁重合法、分散重合法などの粒子化重合法などの一般的な方法によって製造することができる。

【0026】帯電性高分子ゲルの膨潤時における液体の吸収量は、2g/g~200g/gの範囲が好ましい。2g/g未満では帯電性高分子ゲル(粒子)間の凝集抑制や色純度が低減し易くなることがあり、200g/gを超えると帯電性高分子ゲル中の調光用材料の濃度が低下し、調光コントラストが低下することがある。

【0027】液体について説明する。液体としては、その体積抵抗値が  $10^3\Omega$  c m以上であることが好ましく、より好ましくは  $10^7\Omega$  c m $\sim$   $10^{19}\Omega$  c mであり、さらに好ましくは  $10^{10}\sim10^{19}\Omega$  c mである。このような体積抵抗値とすることで、より効果的に、電極反応に起因する液体の電気分解による気泡の発生が抑制され、通電毎に調光特性が損なわれることがなく、優れた繰り返し安定性を付与することができる。このような観点からも、液体として絶縁性液体を用いることが特に好適である。なお、液体には、酸、アルカリ、塩、分散安定剤、酸化防止や紫外線吸収などを目的とした安定剤、抗菌剤、防腐剤などを添加することができるが、上記で示した特定の体積抵抗値の範囲となるように添加することが好ましい。

【0028】液体として具体的には、ヘキサン、シクロヘキサン、トルエン、キシレン、デカン、ヘキサデカン、ケロセン、パラフィン、イソパラフィン、シリコーンオイル、ジククロロエチレン、トリクロロエチレン、パークロロエチレン、高純度石油、エチレングリコー

ル、アルコール類、エーテル類、エステル類、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド、Nーメチルピロリドン、2ーピロリドン、Nーメチルホルムアミド、アセトニトリル、テトラヒドロフラン、プロピレンカーボネート、エチレンカーボネート、ベンジン、ジイソプロピルナフタレン、オリーブ油、イソプロパノール、トリクロロトリフルオロエタン、テトラクロロエタン、ジブロモテトラフルオロエタンなどや、それらの混合物が好適に使用できる。また、上記示した体積抵抗率の範囲となるよう不純物を除去することで、水(所謂、純水)も好適に使用することができる。

【0029】本発明の高分子ゲル組成物において、液体と帯電性高分子ゲル(調光用材料を含む帯電性高分子ゲル)との屈折率の差が0.01以下であるものを用いると、粒子界面での光散乱性が低減し、色純度を向上できることから望ましい。このような屈折差が低いもの同士を組み合わせて用いることで、着色帯電性高分子ゲル粒子を用いた場合に、発色時においても入射される光が散乱されず、透過することから、透過型の光学素子に利用することも可能となる。

【0030】本発明の高分子ゲル組成物は、帯電性高分子ゲル及び液体を、高分子(所謂、マトリックス樹脂)中に分散したり、あるいは高分子膜でマイクロカプセル化したりして、固体化することで利用形態を拡大することもできる。これらの技術は特開平11-228850号公報と同様にして実施できる。マイクロカプセル化は、高分子材料の不溶化を利用したいわゆるコアセルベーション法、分散粒子の界面で重合を行いカプセル膜を形成するいわゆる界面重合マイクロカプセル化法、in

situマイクロカプセル化重合法、液中乾燥法、液中硬化被覆マイクロカプセル化法、気体中に液滴を噴霧することでその表面にカプセル膜を形成するスプレードライングマイクロカプセル化法などを用いて実施することができる。これら技術の詳細は「近藤 保著、新版マイクロカプセル その製法・性質・応用 三共出版」などの成書に記述されている。カプセル化によって他の樹脂中に分散する等によってその用途範囲を拡大することが可能となる。

【0031】次に、本発明の高分子ゲル組成物を用いた 光学素子(本発明の光学素子)について説明する。本発 明の光学素子は、上述のように固体化された本発明の高 分子ゲル組成物を用いる場合、そのままで調光、表示用 等の光学素子として使用することができる。更に、強 度、耐久性や機能の向上のために、他の基材上に本発明 の高分子ゲル組成物を層状に形成すること、あるいは一 対の基材間に本発明の高分子ゲル組成物を層状に挟持す ることで光学素子とすることもできる。

【 0 0 3 2 】本発明の光学素子には、表示素子、記録素 子、光変調素子などの用途に用いる場合、電界付与手段 50 12

を備えるが、電界に応じて応答する光シャッターや、センサーなどの用途に用いる場合、電界付与手段を備える必要性はない。一般的な電界付与手段としては、一対の電極などを利用することができ、これら電極をパターン化、セグメント化させて任意の部位を調光させることも好ましく実施される。また、これらのパターンに対応して特定の特性の帯電性高分子ゲルを配置することも好ましく実施される。

【0033】本発明の光学素子において、帯電性高分子 ゲルは、電極との相互作用により可逆的に膨潤・収縮が 行えるように電極上に固定化されていることが好まし い。また、その固定化は、電極が複数ある場合にはすべ ての電極上に施されていても構わない。

【0034】このような帯電性高分子ゲルの固定化は、種々の二官能性化合物や接着剤を利用することや、あるいは物理的な手段で行うことができる。具体的には、例えば、反応性シランカップリング材により電極基板をあらかじめ処理することで官能基を導入し、これと帯電性高分子ゲルの官能基とを反応させることにより共有結合させることが可能である。その他にも、種々の多官能性化合物や接着剤により固定する方法や基板上を立体的に加工して、帯電性高分子ゲルを物理的に固定化することも可能である。なお、帯電性高分子ゲルの固定化においては電極(基板)と密着させすぎると、応答特性が低下する場合があるため、空間を空けるために基板等の表面を立体的に加工し、その凸部に結合させる手段や長鎖化合物を介することで、帯電性高分子ゲルを結合させる手段も好ましく施される。

【0035】本発明の光学素子において、高分子ゲル組成物の配置(封入)位置、即ち調光層は密閉されてなる構成であることが好ましい。調光層が密閉されてなることで、調光層(高分子ゲル組成物)が外気と触れなくなり、劣化を防止することができる。このような構成は、例えば、電極間に挟持した調光層を樹脂封止させる、セル状にした電極間に調光層を配置する等して行うことができる。

【0036】本発明の光学素子には、様々な層を形成してもかまわない。例えば、光学素子の保護を目的とした保護層、防汚染層、紫外線吸収層、帯電防止層、光反射層、誘電層、カラーフィルター等の着色層等が挙げられる。

【0037】以下、本発明の光学素子を図を参照しつつ説明する。なお、同様の機能を有する部材には、全図面通して同じ符合を付与し、その説明を省略する。図1は、本発明の光学素子の一例を示す概略構成図である。図1に示す光学素子は、少なくとも一方が透明な一対

(電極基板1、2)の電極基板間(セル)内部に、帯電性高分子ゲル粒子5と液体4とを封入されている構成である。さらに、一対の電極基板間を一定の間隔を持たせるためにスペーサー3が設けられている。このとき帯電

性高分子ゲル5は、電極基板1表面に固定されている。 なお、矢印は目視方向を示す。

【0038】電極基板1、2は、通常、通電部材を基板部材上に形成することによってとしては作製される。基板部材としては、ポリエステル、ポリイミド、ポリメタクリル酸メチル、ポリスチレン、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリアミド、ナイロン、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリカーボネート、ポリエーテルスルフォン、シリコーン樹脂、ポリアセタール樹脂、フッ素樹脂、セルロース誘導体、ポリオレフィンなどの高分子のフイルムや板状基板、ガラス基板、金属基板、セラミック基板等の無機基板などが好ましく用いられる。また、透過型の光学素子として用いる場合には、少なくとも50%以上の光透過率を有する基板部材が好ましく用いられる。

【0039】通電部材としては、酸化錫一酸化インジウム(ITO)、酸化錫、酸化亜鉛などに代表される金属酸化物層が形成されたものが好ましく用いられる。少なくとも50%以上の光透過率を有する透明電極が好ましいく用いられる。また、反射型光学素子用途の場合、目視方向から見て遠い方の電極基板2上に設けられる通電部材としては、酸化錫一酸化インジウム(ITO)、酸化錫、酸化亜鉛などに代表される金属酸化物層の他に、導電性高分子や、カーボン、銅、アルミニウム、金、銀、ニッケル、プラチナなどに代表される金属層を用いることができる。

【0040】電極基板1、2の厚みや大きさは所望の光学素子(表示素子)によって様々なものが利用でき、特に限定はないが、厚みの好ましい範囲は10μmから20nmである。電極基板1、2ともに透明電極とした場合には透過型の表示素子としても利用することができる。図1には一対の基板間に封入された構成を一例として示したが、図2に示すように、図1のような構成が複数積層されたものでも構わない。色の異なる顔料(調光用材料)を含有した帯電性高分子ゲル(帯電性高分子ゲル5a、5b、5c)を封入した層を積層することにより、積層型カラー表示素子に利用することが可能である

【0041】また、光学素子(表示素子)の用途に応じて、電極基板1、2には、配線、薄膜トランジスタ、金 40 属・絶縁層・金属構造を持つダイオード、バリアブルコンデンサ、強誘電体等の駆動用スイッチング素子を形成しても構わない。一般に表示用途として画像表示する場合は、パターン化された電極を持つ構成において、所望のパターンに通電し、パターン上の帯電性高分子ゲルを体積変化させることにより実現できる。さらにカラー表示を行う場合も、複数の異なる色の帯電性高分子ゲルを各パターン上に固定化し、種々のパターンに選択的に通電することによって実現可能である。

[0042]

14

【実施例】以下、本発明を、実施例を挙げてさらに具体 的に説明する。ただし、これら各実施例は、本発明を制 限するものではない。

【0043】(実施例1)

―帯電剤を含む非イオン性高分子ゲル粒子の作製― 電界により膨潤・収縮する非イオン性高分子ゲル粒子を 以下に示すように逆相懸濁重合により作製した。主モノ マーとして、N-イソプロピルアクリルアミド10g、 架橋剤としてメチレンビスアクリルアミド 0.1 gを用 い、これに蒸留水20g、過硫酸アンモニウム0.1 g、顔料(帯電剤)として1次粒子0.1 μmの青色顔 料(大日本インキ化学社製:マイクロカプセル化顔料、 MC Blue 182-E) 8. 0gを添加し、攪拌 混合した水溶液Aを調整した。上記作業は窒素下にて行 った。ソルピトール系界面活性剤(第一工業製薬製:ソ ルゲン50) 1.0gをシクロヘキサン200m1に溶 解した溶液を窒素置換された容器に加え、これに先に調 整した水溶液 A を添加し、回転式攪拌装置を用いて高速 攪拌して乳化させた。乳化後、反応系の温度を20℃に 調節し、さらに溶液を攪拌しながらこれにテトラメチル エチレンジアミンの50%水溶液を添加し、重合を行っ た。重合後、生成した着色髙分子ゲルを回収し、純水で 洗浄を行った。

【0044】その後、凍結乾燥法により着色高分子ゲル中の水分を除去した。乾燥状態の着色高分子ゲルに、蒸留後、モレキュラーシープを加えて保存しておいたジメチルホルムアミド(DMF)を加えて非イオン性高分子ゲル粒子(着色高分子ゲル粒子)を膨潤させた。

【0045】一調光素子の作製ー

大きさ50mm×50mmの酸化錫付き電極基板上に、 上記で調製した着色高分子ゲル粒子を以下の方法で固定 化した。電極上に着色高分子ゲルを固定するための結合 剤層をシランカップリング剤(3-Glycidoxy propyltrimethoxysilane)溶液 を電極表面に塗布加熱反応させた後に洗浄することで形成した。

【0046】次に、先に調製した、着色高分子ゲル粒子と DMF からなる溶液を調製し、これと電極面と接触させて加熱することによってガラス面の反応性シランカップリング部とゲル粒子を化学反応させて固定化した。さらに、大きさ  $50 \, \mathrm{mm} \times 50 \, \mathrm{mm}$ の酸化錫付き電極基板を対向基板とし、この表面に  $500 \, \mu \, \mathrm{mor}$  樹脂スペーサを電極面に内向させて配置し、一部の溶液注入開口部を除き外周部を熱接着剤で封止した。セル内部に着色高分子ゲルの膨潤液体(液体)として DMF(体積抵抗率  $10^7 \, \Omega \, \mathrm{cm}$  程度)のみを注入後、開口部を封止し調光素子(調光セル)を作製した。なお、セル内の膨潤液体(液体)を採取し、体積抵抗率を測定したところ、 DMF 由来の体積抵抗値を示した。

【0047】一評価一

得られた調光素子は、対向させた電極間に35Vの直流電圧を印加することで、イオン性高分子ゲル粒子の体積が変化することが分かった。イオン性高分子ゲル粒子を固定化した電極がカソードとなるときにはイオン性高分子ゲル粒子は膨潤し、逆にアノードとなるときには収縮した。これにより、電界に応じてイオン性高分子ゲル粒子は膨潤・収縮することがわかった。一方、35V印加電圧の極性の反転による繰り返しを100万回実施したが、気泡の発生は確認されず極めて安定であることも確

得られた調光素子は、対向させた電極間に35Vの直流電圧を印加することで、着色高分子ゲル粒子の体積が変化することが分かった。着色高分子ゲル粒子を固定化した電極がカソードとなるときには着色高分子ゲル粒子は、膨潤し、逆にアノードとなるときには収縮した。これにより、電界に応じて着色高分子ゲル粒子は膨潤・収縮することがわかった。反射率から求めたコントラスト比は30以上あり、視認性に優れていた。一方、35V印加電圧の極性の反転による繰り返しを100万回実施したが、気泡の発生は確認されず極めて安定であることも確認できた。

#### 【0048】 (実施例2)

## ―イオン性髙分子ゲル粒子の作製―

電界により膨潤・収縮するイオン性高分子ゲル粒子を以下に示すように作製した。モノマーとしてアクリル酸10g、架橋剤としてメチレンピスアクリルアミド0.02g、蒸留水25mlに溶解し、これに水酸化ナトリウム6gを混合してアクリル酸を中和したモノマ水溶を調製し、フラスコ中に入れ、脱気、窒素置換した。このモノマ混合物に重合開始剤として過硫酸アンモニウム0.2gを添加したものを、分散媒であるシクロへキウン200mlに投入し、これを窒素パージした容器のに、重合促進剤としてテトラメチルエチレンジアミンの.1mlを添加し、30℃で5時間重合を行った。重合により生成した粒子を大量の蒸留水に投入し、このようにより生成した粒子を大量の蒸留水に投入し、このようにより生成した粒子を大量の蒸留水に投入し、このようにして、イオン性高分子ゲル粒子を作製した。

## 【0049】-調光素子の作製-

大きさ50mm×50mmの酸化錫付き電極基板上に、 上記で作製したイオン性高分子ゲル粒子を以下の方法で 固定化した。電極上にイオン性高分子ゲルを固定するた めの結合剤層をシランカップリング剤(3-Glyci doxypropyltrimethoxysilan e)浴液を電極表面に塗布、加熱反応させた後に洗浄す ることで形成した。

【0050】次に、先に作製した、イオン性高分子ゲル粒子分散液と電極面とを接触させて加熱することによってガラス面の反応性シランカップリング部とゲル粒子を化学反応させて固定化した。さらに、大きさ50mm× 4050mmの酸化錫付き電極基板を対向基板とし、この表面に500 $\mu$ mの樹脂スペーサを電極面に内向させて配置し、一部の溶液注入開口部を除き外周部を熱接着剤で封止した。セル内部にイオン性高分子ゲル粒子の膨潤液体(液体)としてDMF(体積抵抗率10 $^7\Omega$ cm程度)のみを注入後、開口部を封止し調光素子(調光セル)を作製した。なお、セル内の膨潤液体(液体)を採取し、体積抵抗率を測定したところ、DMF由来の体積抵抗値を示した。

## 【0051】一評価一

#### 【0052】(実施例3)

認できた。

一帯電剤を含むイオン性高分子ゲル粒子(着色アクリル酸ゲル)の作製

す)10gを界面活性剤としてエマルゲン909(花王製)0.3gを添加した蒸留水50mlに混合し、超音波分散装置を用いてCBを均一に分散させたCB分散溶液を調製した。モノマーとしてアクリル酸10g、蒸蒸留水20mlに溶解し、これに水酸化ナトリウム6gを混合してアクリル酸を中和したモノマ水溶液を調製した。この水溶液を先に調製したCB分散溶液と混合し、これをフラスコ中に入れ、脱気、窒素置換した。このモノマ混合物に重合開始剤として過硫酸アンモニウム0.2gを添加したものを、分散媒であるシクロヘキサン200mlに投入し、これを窒素パージした容器内に加え、ホモジナイザイーで高速攪拌して乳化した。さらに、重合促進剤としてテトラエチルエチレンジアミン0.1mlを添加し、30℃で5時間重合を行った。

【0053】重合により生成した黒色高分子ゲル粒子を大量の蒸留水中に投入し、これをろ過する操作を繰り返すことで精製を行なった。その後、大量のメタノールを用いて脱水し、乾燥させた。得られた高分子ゲルの粗粒子を、分級することで、乾燥時の平均粒径が $10 \mu$  mの着色アクリル酸ゲル(黒色高分子ゲル粒子)を作製した。

#### 【0054】-調光素子の作製-

大きさ50mm×50mmの酸化錫付き電極基板上に、上記で作製した黒色高分子ゲル粒子を以下の方法で固定化した。電極上に着色高分子ゲルを固定するための結合剤層をシランカップリング剤(3-Glycidoxypropyltrimethoxysilane)溶液を電極表面に塗布、加熱反応させた後に洗浄することで形成した。

【0055】次に、先に作製した、黒色高分子ゲル粒子とDMFとからなる溶液を調製し、これと電極面とを接触させて加熱することによってガラス面の反応性シラン

カップリング部とゲル粒子を化学反応させて固定化した。さらに、大きさ50mm×50mmの酸化錫付き電極基板を対向基板とし、この表面に500 $\mu$ mの樹脂スペーサを電極面に内向させて配置し、一部の溶液注入開口部を除き外周部を熱接着剤で封止した。セル内部にイオン性高分子ゲル粒子の膨潤液体(液体)としてDMF(体積抵抗率 $10^7\Omega$ cm程度)のみを注入後、開口部を封止し調光素子(調光セル)を作製した。なお、セル内の膨潤液体(液体)を採取し、体積抵抗率を測定したところ、DMF由来の体積抵抗値を示した。

#### 【0056】 —評価—

得られた調光素子は、対向させた電極間に35Vの直流電圧を印加することで、イオン性高分子ゲル粒子の体積が変化することが分かった。イオン性高分子ゲル粒子を固定化した電極がカソードとなるときにはイオン性高分子ゲル粒子は膨潤し、逆にアノードとなるときには収縮した。これにより、電界に応じてイオン性高分子ゲル粒子は膨潤・収縮することがわかった。反射率から求めたコントラスト比は30以上あり、視認性に優れていた。一方、35V印加電圧の極性の反転による繰り返しを10万回実施したが、気泡の発生は確認されず極めて安定であることも確認できた。

#### 【0057】(比較例1)

## ― 着色アクリル酸ゲルの作製ー

黒色顔料であるカーボンブラックを含有した p H応答性 高分子ゲルの粒子(実施例3と同様なゲル粒子)を以下 ようなプロセスによって製造した。1次粒径約0.1μ mのカーボンブラック(昭和キャボット社製、ショウブ ラック:以下 C B と略す) 10gを界面活性剤としてエ マルゲン909(花王製)0.3gを添加した蒸留水5 0mlに混合し、超音波分散装置を用いてCBを均一に 分散させた C B 分散溶液を調製した。モノマーとしてア クリル酸10g、架橋剤としてメチレンビスアクリルア ミドロ. 02gを蒸留水20mlに溶解し、これに水酸 化ナトリウム 6 gを混合してアクリル酸を中和したモノ マ水溶液を調製した。この水溶液を先に調製したCB分 散溶液と混合し、これをフラスコ中に入れ、脱気、窒素 置換した。このモノマ混合物に重合開始剤として過硫酸 アンモニウム 0.2 gを添加したものを、分散媒である . シクロヘキサン200mlに投入し、これを窒素パージ 40 した容器内に加え、ホモジナイザイーで高速攪拌して乳 化した。さらに、重合促進剤としてテトラエチルエチレ ンジアミンO. 1mlを添加し、30℃で5時間重合を 行った。

【0058】重合により生成した黒色高分子ゲル粒子を大量の蒸留水中に投入し、これをろ過する操作を繰り返すことで精製を行なった。その後、大量のメタノールを用いて脱水し、乾燥させた。得られた高分子ゲルの粗粒子を、分級することで、乾燥時の平均粒径が10μmの着色アクリル酸ゲル(黒色高分子ゲル粒子)を作製し

た。

#### 【0059】-調光素子の作製-

大きさ100mm×100mmの酸化錫付き電極基板上 に、上記で調製した黒色高分子ゲル粒子を以下の方法で 固定化した。電極上に高分子ゲルを固定するための結合 剤層をシランカップリング剤(3-Glycidoxy propyltrimethoxysilane) 溶液 を電極表面に塗布、加熱反応させた後に洗浄することで 形成した。次に、先に調製した、黒色髙分子ゲル粒子と 水からなる溶液を調製し、これと電極面と接触させて加 熱することによってガラス面の反応性シランカップリン グ部とゲル粒子を化学反応させて固定化した。さらに、 大きさ100mm×100mmの酸化錫付き電極基板を 対向基板とし、この表面に50μmの樹脂スペーサを散 布した後、一部の開口部を除き外周部に紫外線硬化樹脂 を塗布し、前記のゲル粒子を固定化した基板と張り合わ せ、紫外線を照射して接着させた。次に、セル内部に高 分子ゲルの膨潤液体として0.1 N水酸化カリウム水溶 液を減圧封入法により注入後、開口部を封止し調光素子 (調光セル)を作製した。黒色高分子ゲル粒子を固定化 した電極側をアノードとし、5 Vの直流電流を通電可能 なように電源から電極に配線を行った。なお、セル内の 膨潤液体を採取し、体積抵抗率を測定したところ、10  $^{-2}\Omega$  c m  $^{-2}$ 

18

#### 【0060】—評価—

得られた通電前の調光素子は、黒色高分子ゲル粒子が膨 潤状態にあるため、入射光が吸収され、透過光量は約2 %であった。通電を行うと電極表面のイオン濃度が変化 し黒色高分子ゲル粒子が収縮することにより光が透過 し、透過光量は増大したが、多量の気泡の発生が確認された。再び通電を止めると瞬時にもとの透過光量に戻った。数10回通電を繰り返すと、発生した気泡のために 封止部分より液漏れが生じた。

#### [0061]

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、電界に応じて、大きな光散乱率、反射率や光の吸収量等の変化 量を得ることができ、且つ安定な繰り返し特性をもち、簡易な構成で透過型表示素子にも応用可能な高分子ゲル 組成物およびそれを用いた光学素子を提供することができる。

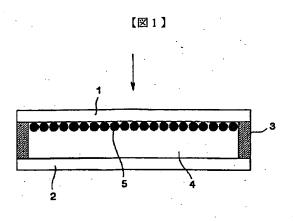
#### 【図面の簡単な説明】

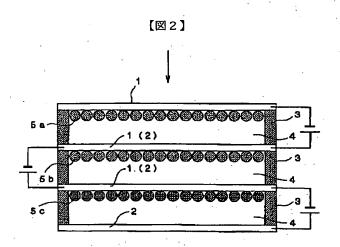
【図1】 本発明の光学素子の一例を示す概略構成図である。

【図2】 本発明の光学素子の他の一例を示す概略構成 図である。

#### 【符号の説明】

- 1、2 電極基板
- 3 スペーサー
- 4 液体
- 5 帯電性髙分子ゲル粒子





## フロントページの続き

(72)発明者 三上 正人

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

(72)発明者 明石 量磁郎

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

## Fターム(参考) 2HO42 BA02 BA11 BA16

4J002 BG011 BG041 BG131 BH021

BQ001 DA116 EG076 EJ066

EN096 EP016 EU026 FD097

FD106 FD207 GP00 HA05

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2003-147221

(43) Date of publication of application: 21.05.2003

(51)Int.CI.

CO8L101/12 CO8K 3/00

CO8K 5/00 GO2B 5/02

(21)Application number: 2001-345865

(71)Applicant: FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing:

12.11.2001

(72)Inventor: KAWAHARA ATSUSHI

TSUTSUI HIROAKI MIKAMI MASATO

AKASHI KAZUSHIROU

## (54) POLYMER GEL COMPOSITION, AND OPTICAL ELEMENT USING THE SAME

#### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polymer gel composition which can largely change its optical scattering property, reflection coefficient, light absorption, and the like, in response to an electric field, has a stable repeating characteristic, and can be applied to transmission type elements in a simple structure, and to provide an optical element using the polymer gel composition.

SOLUTION: The polymer gel composition is characterized by having a liquid and an antistatic polymer gel which absorbs or releases the liquid in response to an electric field to change the volume. The optical element uses this polymer gel composition.

#### I FGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office